

*See English Equivalent US5,623,083***ACETYLENE ALCOHOL AND ACETYLENE ETHER USEFUL AS ACCELERATOR FOR HYDROSILYLATION OF SILOXY HYDRIDE****Publication number:** JP10029996**Publication date:** 1998-02-03**Inventor:** BANK HOWARD M; DECKER GARY T**Applicant:** DOW CORNING**Classification:****- international:** C07F7/02; C07F7/08; C07F7/18; C08L83/04; C07F7/00; C08L83/00; (IPC1-7): C07F7/18; C07F7/02**- european:** C07F7/08C14B4; C08L83/04**Application number:** JP19970075312 19970327**Priority number(s):** US19960623580 19960328**Also published as:** EP0798303 (A1) US5623083 (A1)[Report a data error here](#)**Abstract of JP10029996**

PROBLEM TO BE SOLVED: To effectively hydrosilylate a compound having an unsaturation in the reactant structure, etc., by reacting the unsaturated organic (Si) compound with a siloxy compound in the presence of accelerators comprising a platinum catalyst and a specific acetylene compound. **SOLUTION:** (A) A siloxy hydride of formula III [R<1> is a 1-20C alkyl, an aryl, etc.: X is H, R<1> ; (a) is 0-4; (b) is 0-3], etc., is reacted with (B) a (substituted) unsaturated organic compound, a (substituted) unsaturated group-having silicon compound, etc., in the presence of a platinum catalyst such as a platinum compound or a platinum complex and an accelerator such as an acetylene alcohol of formula I [R<2> is H, OH, a 1-20C (substituted)alkyl, a 1-20C (substituted)alkoxy; R<3> is H, a 1-20C alkyl, a 4-20C cycloalkyl, an aryl; R<4> is H, R<1> ; (j) is 0-10], an acetylene ether of formula II (R<5> is a monovalent 1-20C hydrocarbon, a carbon-oxygen bond-having heterocyclic hydrocarbon) to hydrosilylate the compound having the unsaturation in the reactant structure.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-29996

(43) 公開日 平成10年(1998)2月3日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 07 F	7/18		C 07 F	7/18
	7/02			7/02

審査請求 未請求 請求項の数3 O.L (全7頁)

(21) 出願番号	特願平9-75312	(71) 出願人	590001418 ダウ・コーニング・コーポレーション DOW CORNING CORPORATION アメリカ合衆国ミシガン州ミッドランド (番地なし)
(22) 出願日	平成9年(1997)3月27日	(72) 発明者	ハワード マービン バンク アメリカ合衆国, ミシガン 48623, フリーランド, テンス ストリート 334
(31) 優先権主張番号	08/623580	(72) 発明者	ゲリー トーマン デッカー アメリカ合衆国, ミシガン 48642, ミッドランド, シャロン 3308
(32) 優先日	1996年3月28日	(74) 代理人	弁理士 石田 敏 (外3名)
(33) 優先権主張国	米国 (U.S.)		

(54) 【発明の名称】 シロキシ水素化物のヒドロシリル化用の促進剤としてのアセチレンアルコール及びアセチレンエーテル

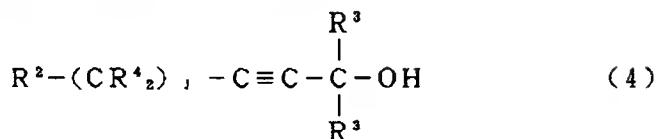
(57) 【要約】

【課題】 不飽和が反応体の構造の内部に存在する(例えばシクロペンテン及びシクロヘキセンのように)不飽和反応体のヒドロシリル化に、特に有用な反応促進剤を用いるヒドロシリル化方法を提供する。

【解決手段】 シロキシ水素化物を、白金触媒及びアセチレンアルコール及びアセチレンエーテルから選ばれる促進剤の存在下に、不飽和反応体と反応させる。

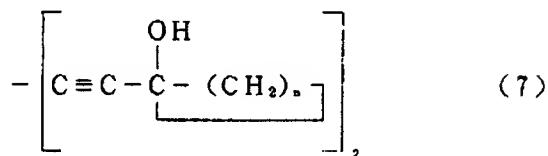
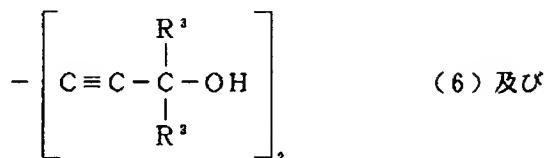
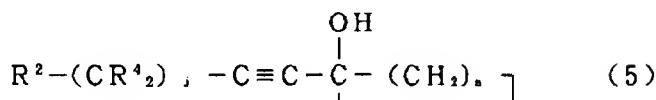
【特許請求の範囲】

【請求項1】 白金化合物及び白金錯体から選ばれる白金触媒、並びに次式(4)～(7)で示されるアセチレ

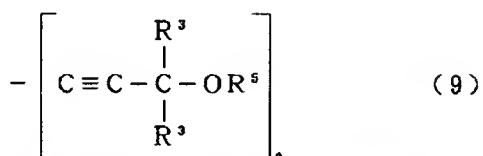
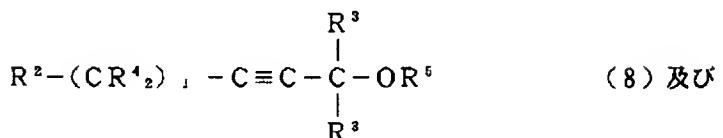


ンアルコール

【化1】



並びに次式(8)～(9)で示されるアセチレンエーテル



(ここに、 R^2 は水素原子、ヒドロキシル基、炭素原子数1～20の置換された又は非置換のアルキル基及び炭素原子数1～20の置換された又は非置換のアルコキシ基からなる群から選ばれ；各 R^3 は独立に水素原子、炭素原子数1～20のアルキル基、炭素原子数4～20のシクロアルキル基及びアリール基からなる群から選ばれ；各 R^4 は独立に水素原子及び R^1 から選ばれ； R^5 は炭素原子数1～20の1価の炭化水素基及び炭素-酸

素結合を有する複素環式炭化水素から選ばれ； $j=0\sim 10$ 、 $n=4\sim 12$ である)からなる群から選ばれる促進剤の存在下で、

次の(A)並びに(B)を接触させることを含むヒドシリル化方法：

(A) 次の式(1)～(3)で示されるシロキシ水素化物から選ばれる少なくとも1つ：



$XR^{1_2}Si(OSiHR^1)_c(OSiR^{1_2})_dOSiR^{1_2}X$ (2) 及び

【化3】

$(R^1HSiO), (R^{1_2}SiO), \dots$

(3)

(ここに、 R^1 は炭素原子数1～20のアルキル、炭素原子数4～12のシクロアルキル及びアリールからなる群から独立に選ばれ；各Xは独立に水素原子及び R^1 から選ばれ； $a=0\sim 4$ 、 $b=0\sim 3$ であるが、但し $b=0$ のときは少なくとも1つのXは水素であり、 $a+b=1\sim 4$ であり、 $c=0\sim 100$ であるが、但し $c=0$ のときは少なくとも1つのXは水素であり、 $d=0\sim 100$ 、 $c+d\leq 100$ 、 $e=1\sim 20$ 、 $f=0\sim 19$ 、 $e+f=4\sim 20$ である)；並びに

(B) 次の群から選ばれる不飽和反応体：

(i) 置換された又は非置換の不飽和有機化合物、(ii) 置換された又は非置換の不飽和有機置換基を有するケイ素化合物、並びに(iii) (i) 及び(ii) の混合物。

【請求項2】 前記不飽和反応体が、少なくとも4つの炭素原子を有する非置換のシクロアルケン化合物、少なくとも4つの炭素原子を有する置換されたシクロアルケン化合物、炭素原子数2～30の線状アルケン化合物、及び炭素原子数4～30の分岐状のアルケン化合物から選ばれる請求項1の方法。

【請求項3】 前記方法を40℃～200℃の範囲の温度で行う請求項1又は2の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、白金触媒並びにアセチレンアルコール及びアセチレンエーテルから選ばれる促進剤の存在下でシロキシ水素化物を不飽和反応体と反応させるヒドロシリル化方法である。前記促進剤は、例えばシクロペンテン又はシクロヘキセンにおけるような、不飽和が反応体の構造の内部にある不飽和反応体のヒドロシリル化に特に有用である。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 当技術分野においては、触媒の存在下で水素化ケイ素含有化合物を不飽和有機化合物と反応させることにより有機ケイ素化合物を作ることは公知である。この反応は一般にヒ

ドロシリレーション(hydrosilation)又はヒドロシリル化(hydrosilylation)と呼ばれている。一般に、この触媒は担体上の白金金属、一般に溶液中に在る白金化合物、又は白金錯体である。【0003】先行技術における一般的な説明は、米国特許No.2823218、3220972及び5449802に含まれる。

【0004】ヒドロシリル化反応の技術分野において知られている主要な問題の1つは、反応が終了する前に触媒が失活することである。触媒の再活性化の1つの方法は、反応混合物を酸素に曝すことであった(米国特許No.4578497)。ここでは、酸化された白金含有触媒がアルキルシランをヒドロシリル化するために使用される。同様に、米国特許No.5359111は、反応混合物中に存在する白金に対する、反応混合物中における酸素の溶液濃度を調節することにより、ヒドロシリル化反応混合物を調節することを開示している。

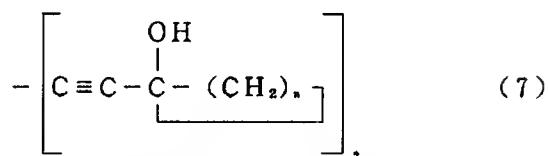
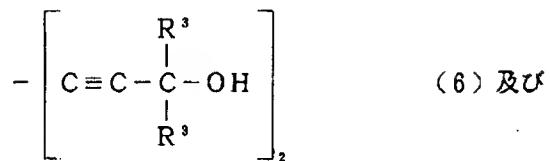
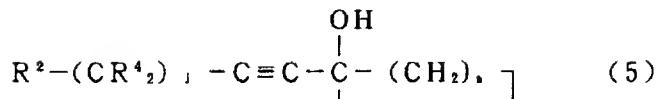
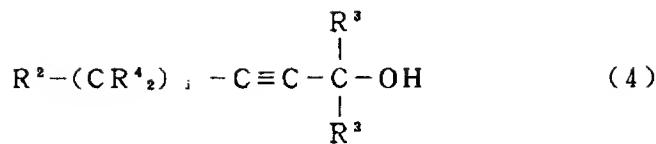
【0005】白金触媒の失活の問題に加えて、当技術分野で教えられていたヒドロシリル化方法は、有機分子の内部不飽和結合をヒドロシリル化するのにさほど効果的でなかった。本発明者等は、シロキシ水素化物による不飽和反応体の白金で触媒されたヒドロシリル化に対してアセチレンアルコール及びアセチレンエーテルが促進剤として作用することを意外にも見いだした。これらの促進剤は、シロキシ水素化物による内部不飽和結合のヒドロシリル化を促進するのに特に有効である。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明は、白金触媒及び新規な促進剤の存在下に、シロキシ水素化物を不飽和反応体と反応させる、ヒドロシリル化方法である。このヒドロシリル化方法は、白金化合物及び白金錯体から選ばれる白金触媒、並びに次式(4)～(7)で示されるアセチレンアルコール

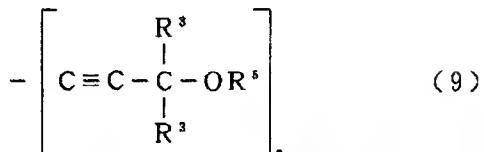
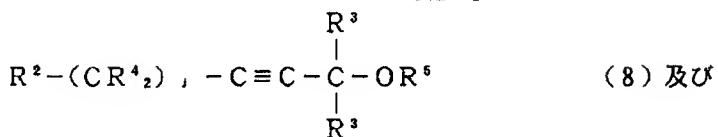
【0007】

【化4】



【0008】並びに次式(8)～(9)で示されるアセチレンエーテル

【0009】
【化5】

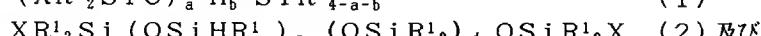


【0010】(ここに、R²は水素原子、ヒドロキシリ基、炭素原子数1～20の置換された又は非置換のアルキル基及び炭素原子数1～20の置換された又は非置換のアルコキシ基からなる群から選ばれ；各R³は独立に水素原子、炭素原子数1～20のアルキル基、炭素原子数4～20のシクロアルキル基及びアリール基からなる群から選ばれ；各R⁴は独立に水素原子及びR¹から選ばれ；R⁵は炭素原子数1～20の1価の炭化水素基及

び炭素-酸素結合を有する複素環式炭化水素から選ばれ；j=0～10、n=4～12である)からなる群から選ばれる促進剤の存在下で、

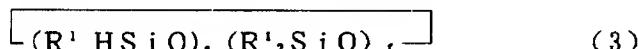
【0011】次の(A)並びに(B)を接触させることを含む：

(A)次の式(1)～(3)で示されるシロキシ水素化物から選ばれる少なくとも1つ：



【0012】

【化6】



【0013】(ここに、R¹ は炭素原子数1～20のアルキル、炭素原子数4～12のシクロアルキル及びアリールからなる群から独立に選ばれ；各Xは独立に水素原子及びR¹ から選ばれ；a=0～4、b=0～3であるが、但し b=0のときは少なくとも1つのXは水素であり、a+b=1～4であり、c=0～100であるが、但し c=0のときは少なくとも1つのXは水素であり、d=0～100、c+d≤100、e=1～20、f=0～19、e+f=4～20である)；並びに

(B) 次の群から選ばれる不飽和反応体：

(i) 置換された又は非置換の不飽和有機化合物、(ii) 置換された又は非置換の不飽和有機置換基を有するケイ素化合物、並びに(iii) (i) 及び(ii) の混合物。

【0014】シロキシ水素化物と不飽和反応体との接触はヒドロシリル化方法を行うための標準的な反応器中で行われる。この接触及び反応は、連続反応として、半連続反応として、又はバッチ反応として行ってよい。

【0015】本発明方法において有用なシロキシ水素化物は、式(1)、(2)及び(3)で示される。これらの式において、R¹ は炭素原子数1～20のアルキル、炭素原子数4～12のシクロアルキル及びアリールからなる群から独立に選ばれ；各Xは独立に水素原子及びR¹ から選ばれ；a=0～4、b=0～3であるが、但し b=0のときは少なくとも1つのXは水素であり、a+b=1～4であり、c=0～100であるが、但し c=0のときは少なくとも1つのXは水素であり、d=0～100、c+d≤100、e=1～20、f=0～19、e+f=4～20である。R¹ は、上記のように、置換された又は非置換のアルキル基、シクロアルキル基又はアリール基であり得る。

【0016】式(1)、(2)及び(3)において、各R¹ は独立に炭素原子数1～6のアルキル基から選ばれるのが好ましい。一層好ましいのは、各R¹ がメチルのときである。式(1)、(2)及び(3)において、b=1、c+d=0～50及びe+f=4であることが好ましい。本発明方法において有用なシロキシ水素化物の例としては、HMe₂SiOSiMe₂H、HMe₂SiO(Me₂SiO)₁₀SiMe₂H、Me₃SiO(Me₂SiO)₃(HMeSiO)₅OSiMe₃、Me₃SiO(HMeSiO)₃₅SiMe₃、Si(O₂SiMe₂H)₄、(Me₃SiO)₂HSiMe及びPhSi(OSiMe₂H)₃がある。但しここに、Meはメチルであり、Phはフェニルである(以下も同じである)。好ましいシロキシ水素化物はビス(トリメチルシリキシ)メチルシランである。

【0017】このシロキシ水素化物を、(i) 置換された又は非置換の不飽和有機化合物、(ii) 置換された又は非置換の不飽和有機置換基を有するケイ素化合物、並びに(iii) (i) 及び(ii) の混合物、からなる群から

選ばれる不飽和反応体と接触させる。本発明にとって、「不飽和」とは、この化合物が少なくとも1つの炭素-炭素二重結合を有することを意味する。

【0018】本発明方法についての不飽和反応体のより特別な例は、炭素原子数少なくとも4の非置換のシクロアルケン化合物、炭素原子数少なくとも4の置換されたシクロアルケン化合物、炭素原子数2～30の線状アルケン化合物、炭素原子数4～30の分岐状アルケン化合物、及びこれらの内の2種又はそれより多くの混合物を含む。

【0019】ここで有用な置換された又は非置換のシクロアルケン化合物は、環の中に1又はそれより多くの不飽和炭素-炭素二重結合を含むものである。この非置換のシクロアルケン化合物の例としては、シクロブテン、シクロペンテン、シクロヘキセン、シクロヘプテン、シクロオクテン、シクロペンタジエン、1,3-シクロヘキサジエン及び1,3,5-シクロヘptaトリエンがある。本発明における置換された不飽和化合物は、例えば3-メチルシクロペンテン、3-クロロシクロブテン、4-フェニルシクロヘキセン及び3-メチルシクロペンタジエンがある。好ましいシクロアルケン化合物はシクロヘキセン及びシクロペンテンであり、シクロヘキセンが最も重要である。

【0020】本発明方法において有用な他の不飽和有機化合物は、線状又は分岐状のアルケニル化合物であり、例えば末端不飽和を有する化合物、例えば1-ヘキセン及び1,5-ヘキサジエン、内部不飽和を有する化合物、例えばトランス-2-ヘキセン及び不飽和アリール含有化合物、例えばスチレン及び α -メチルスチレンである。

【0021】不飽和反応体はハロゲン原子；酸、酸無水物、アルコール、エステル又はエーテルの形をした酸素；及び窒素を含んでいてもよい。2又はそれより多くの上記不飽和有機化合物を本発明方法に使用してもよい。

【0022】ハロゲンを有する不飽和有機化合物は、例えば塩化ビニル、塩化アリル、臭化アリル、ヨウ化アリル、臭化アリル、塩化メタリル、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、テトラフルオロエチレン、クロロブレン、塩化ビニリデン及びジクロロスチレンを含む。

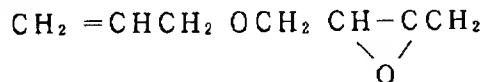
【0023】酸素を含む適当な不飽和化合物は、例えばエーテル、例えばアリルエーテル、ビニルエーテル；アルコール、例えばアリルアルコール(ビニルカルボノール)、メチルビニルカルボノール及びエチニルジメチカルボノール；酸、例えばアクリル酸、メタクリル酸、ビニル酢酸、オレイン酸、ソルビン酸及びリノレイン酸；並びにエステル、例えば酢酸ビニル、酢酸アリル、酢酸ブチル、ステアリン酸アリル、アクリル酸メチル、クロトン酸エチル、コハク酸ジアリル及びフタル

酸ジアリルである。適當な窒素含有不飽和有機化合物としては、例えばインジゴ、インドール、アクリロニトリル及びシアン化アリルがある。

【0024】不飽和有機化合物の定義に特に含まれるのは、有機官能性部分によって置換されたもの、例えば $\text{CH}_2 = \text{CHCH}_2 \text{OCH}_2 \text{C}(\text{CH}_3) = \text{CH}_2$ 、 $\text{CH}_2 = \text{CHCH}_2 \text{NHCH}_2 \text{CH}_2 \text{NH}_2$ 、 $\text{CH}_2 = \text{C}(\text{HCH}_2 \text{NH}_2)$ 、

【0025】

【化7】



【0026】 $\text{CH}_2 = \text{CHCH}_2 \text{SH}$ 、 $\text{CH}_2 = \text{CHS}(\text{O}(\text{CH}_2)_2 \text{OCH}_3)_3$ 、 $\text{CH}_2 = \text{CHCH}_2 \text{N}(\text{HC}_1)\text{HCH}_2 \text{CH}_2 \text{NHCH}_2 (\text{C}_6 \text{H}_4) \text{C}(\text{H} = \text{CH}_2)$ 及び類似の化合物である。

【0027】不飽和有機化合物は、置換された又は非置換の有機置換基を有するケイ素化合物であってもよく、例えば、式 $(\text{CH}_2 = \text{CH}(\text{CH}_2)_g)_h \text{R}^1_i \text{Si}(\text{OR}^1)_{4-h-i}$ 及び $(\text{CH}_2 = \text{CH}(\text{CH}_2)_g)_h \text{R}^1_i \text{SiC}(\text{H})_{4-h-i}$ (ここに、 R^1 は先に定義したものであり、 $g = 0 \sim 12$ 、 $h = 1 \sim 3$ 、 $h+i = 1 \sim 4$ である) であってもよい。

【0028】シロキシ水素化物の不飽和反応体との接触に先立って、不飽和反応体を処理し又は精製するのが好ましい。有用な方法は、不飽和有機化合物を処理し又は精製する方法として当技術分野において公知の方法で、蒸留、又は吸収剤、例えば活性アルミナもしくはモレキュラーシーブで処理することを含む。

【0029】本発明に使用されるシロキシ水素化物と不飽和反応体の相対的量は広い限界内で変化する。ケイ素に結合した水素原子1個あたり1個の炭素-炭素不飽和結合は化学量論的であるが、このプロセスを化学量論的条件下で実施する必要はない。好ましいのは、このプロセスを、シロキシ水素化物によって供給されるケイ素に結合した水素原子を0~10%化学量論的に過剰にして実施するときである。

【0030】シロキシ水素化物及び不飽和反応体は白金化合物及び白金錯体から選ばれる白金触媒の存在下で接触させられる。シロキシ水素化物と不飽和有機化合物の上の不飽和炭素-炭素結合の間の反応に影響を与える全ての白金含有物質が本発明において有用である。有用な白金触媒の例は、例えば米国特許No. 4578497、3220972及び2823218に記載されている。

【0031】白金触媒としては、例えば、塩化白金酸、塩化白金酸六水和物、カールシュテット触媒 (karsstedt's catalyst) (即ち、塩化白金酸とsym-ジビニルテトラメチルジシロキサンの錯体)、ジクロロビス(トリフェニルホスフィン)白金

(II)、シス-ジクロロビス(アセトニトリル)白金(II)、ジカルボニルジクロロ白金(II)、塩化白金及び酸化白金がある。

【0032】好ましい白金触媒は、塩化白金酸、塩化白金酸六水和物及び白金ビニルシロキサン錯体、例えば塩化白金酸又は二塩化白金とsym-ジビニルテトラメチルジシロキサンとの中和された錯体からなる群から選ばれる。

【0033】一般に、不飽和反応体によってプロセスに加えられる不飽和炭素-炭素結合10億モルあたり少なくとも1モルの白金を与える白金触媒の濃度が、ここでは好ましい。不飽和反応体によってプロセスに加えられる不飽和炭素-炭素結合千モルあたり1モルという多量の白金を与える白金触媒の濃度も有用であろう。もし望むならば、より高い濃度の白金を使用してもよい。好ましい白金触媒濃度は、不飽和反応体によってプロセスに提供される不飽和炭素-炭素結合 1×10^6 モルあたり1~1000モルの白金を与えるものである。

【0034】白金触媒は、取扱を容易にし、典型的に、必要とされる少量の測定を便ならしめるために、溶媒に溶解してもよい。適當な溶媒としては、例えば、非極性炭化水素溶媒、例えばベンゼン、トルエン及びキレン；並びに極性溶媒、例えばアルコール、ケトン、グリコール及びエステルがある。

【0035】本発明方法は、式(4)~(9)によって記載される群から選ばれる促進剤の存在下で実施される。置換基 R^2 は水素原子、ヒドロキシル基、炭素原子数1~20の置換された又は非置換のアルキル基、及び炭素原子数1~20の置換された又は非置換のアルコキシ基から選ばれる。好ましいのは、 R^2 が水素及び1~6個の炭素原子を有するアルキルから選ばれるときである。置換基 R^2 は置換されたアルキル、例えばヒドロキシエチル、2-エトキシエチル及び1-メチル-1-ヒドロキシエチルを含む。 R^2 は、例えば、水素、メチル、エチル、プロピル、イソブチル、ヒドロキシエチル、1-メチル-1-ヒドロキシエチル及びヘキシルからも選ばれる。好ましいのは R^2 が水素であるときである。各置換基 R^3 は、独立に水素原子、炭素原子数1~20のアルキル、炭素原子数4~20のシクロアルキル及びアリールから選ばれる。 R^3 は、例えば水素、メチル、エチル、プロピル、イソブチル、シクロペンチル、シクロヘキシル、及びフェニルである。好ましいのは、各 R^3 が独立に水素、炭素原子数1~6のアルキル、及びフェニルからなる群から選ばれるときである。各置換基 R^4 は独立に水素原子及び R^1 から選ばれる。好ましいのは、 R^4 が水素であるときである。 R^5 は炭素原子数1~20の1価の炭化水素基、及び炭素-酸素結合を有する複素環式炭化水素基からなる群から選ばれる。 R^5 は、例えば、アルキル、例えばメチル、エチル、t-ブチル；シクロアルキル、例えばシクロペンチル及びシク

ロヘキシル；アリール、例えばフェニル及びナフチル；並びに複素環式炭化水素基、例えばテトラヒドロフラニルを含む。

【0036】式(5)及び(7)で示されるアセチレンアルコールにおいて、nは4～12の値を取りうる。好ましいのは、nが4又は5の値を取るときである。

【0037】式(4)、(5)及び(8)で示されるアセチレンアルコール及びアセチレンエーテルにおいて、jは0～10の値であり得る。好ましいのは、jが0～4の値を取るときである。

【0038】本発明に使用するのに好ましい促進剤は、2-メチル-3-ブチニルオールである。

【0039】有効な濃度の促進剤が本発明プロセスに加えられるが、ここで有効な濃度とは水素化ケイ素と不飽和有機化合物との間の反応の開始を促進し、この反応の速度を促進し、又はこのプロセスにおける触媒の反応性の損失を減らすものである。促進剤の有用な有効濃度は、一般に、不飽和反応体の重量の0.01～20wt%の範囲にある。好ましいのは、この促進剤が、不飽和反応体の重量の0.1～10wt%であるときである。この促進剤は、このプロセスに、白金触媒とのプレミックスとして、又は分離してこのプロセスに加えることができる。

【0040】本発明方法が行われる温度は、一般に40℃～220℃の範囲内にある。このプロセスを50℃～170℃の温度で行うのが好ましい。本発明方法を行うために最も好ましい温度は、80℃～150℃である。

〔表1〕

シクロヘキセンへのビス(トリメチルシロキシ)シクロヘキシルメチルシランの付加の白金で触媒された促進剤としての2-メチル-3-ブチニルオール

例No.	MBO (μL)	温度 (℃)	ビス-面積%
1	—	80	1.2
2	8	80	1.2
3	—	120	19.7
4	8	120	63.9

【0041】

【実施例】以下の例は本発明を更に説明するために提供する。

【0042】(例)白金触媒の存在下にビス(トリメチルシロキシ)メチルシランとシクロヘキセンの反応を促進する能力について、2-メチル-3-ブチニルオールを評価した。

【0043】アルゴンでバージし、ガスシールした瓶中で原料混合物を調製した。この原料混合物は、13Xモレキュラーシーブで処理した8.2g(0.1モル)のシクロヘキサン、及び19.4g(0.1モル)のビス(トリメチルシロキシ)メチルシランを含んでいた。次いで、シクロヘキサン1モルあたり、白金ジビニルシロキサン錯体としての白金 6×10^{-5} をこの原料混合物に加えた。次いで、この触媒された原料溶液のアリコート(2mL)を、ガラス管に加えられる諸成分の全容量を基準として0.4容量%の濃度で2-メチル-3-ブチニルオール(MBO)を含む、アルゴン-バージされた当該ガラス管に移した。この管をアルゴンバージの下で熱シールし、表1に記載されているように、80℃又は120℃のいずれかで3時間加熱した。3時間の終点でこの管を冷却し、内容物を熱伝導性検出器を用いるガスクロマトグラフィー(GC-TC)により分析した。この分析の結果を、GC-TCトレースの下でビス(トリメチルシロキシ)シクロヘキシルメチルシランの面積%(「ビス-面積%」)として表1に報告する。

【0044】